

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑲ Anmeldenummer: **89118361.8**

⑤① Int. Cl.⁵: **C23C 14/34, B32B 15/01,**
C22F 1/04

⑳ Anmeldetag: **04.10.89**

③① Priorität: **25.11.88 DE 3839775**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.05.90 Patentblatt 90/22

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

⑦① Anmelder: **VEREINIGTE ALUMINIUM-WERKE**
AKTIENGESELLSCHAFT
Georg-von-Boeselager-Strasse 25
D-5300 Bonn 1(DE)

Anmelder: **BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT**

FL-9496 Balzers(LI)

⑦② Erfinder: **Dumont, Christian Dr.**
Schlegelstr. 10
D-5303 Bornhelm 1(DE)
Erfinder: **Schmitz, Norbert**
Münsterelfeler Str. 137
D-5350 Euskirchen(DE)
Erfinder: **Quaderer, Hans**
Pardiel 59
FL-9494 Schaan(LI)

⑦④ Vertreter: **Müller-Wolff, Thomas, Dipl.-Ing.**
Vereinigte Aluminium-Werke AG
Georg-von-Boeselager-Strasse 25 Postfach
2468
D-5300 Bonn 1(DE)

⑤④ **Aluminium-Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.**

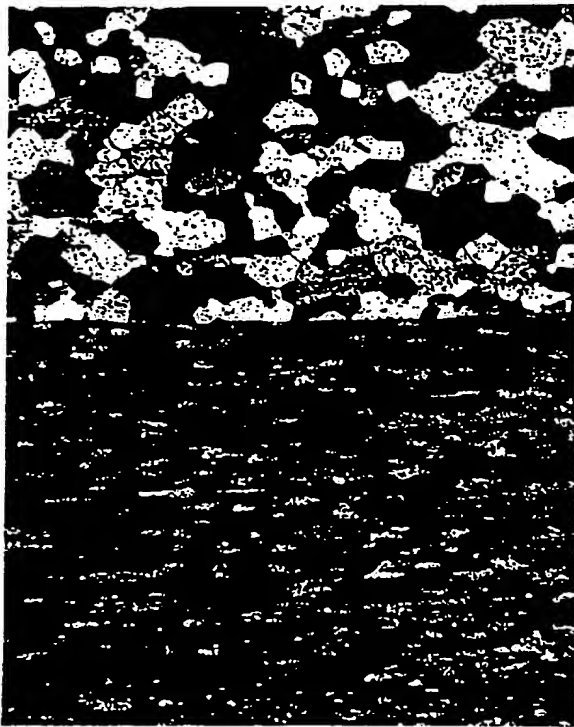
⑤⑦ **Aluminium-Verbundplatte und Verfahren zu ihrer Herstellung.**

Aluminium-Verbundplatten, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar sind, bestehen aus einer Nutzschiicht aus Reinaluminium (Al \geq 99,99) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis (Al \geq 99,99) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschiicht.

Es soll nun eine Aluminium-Verbundplatte mit einer Härte in der Trägerschiicht von HB \geq 70 entwickelt werden, die in einem einfachen und preiswerten Verfahren herstellbar und für die Herstellung von Targets für die Sputtertechnik geeignet ist.

Die neue Aluminium-Verbundplatte besteht aus einer Trägerschiicht aus einer aushärtbaren Legierung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer Nutzschiicht aus Reinaluminium (Al \geq 99,99) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis (Al \geq 99,99) erschmolzenen binären oder ternären Legierung.

Der Gesamtaufbau wird durch Walzplättchen bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt. Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugsweise 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warmwalzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und 540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minuten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C unterworfen.



← Nutzschicht (2)

← Trägerschicht (1)

Abb. 3

1 mm

Aluminium-Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.

Die Erfindung betrifft eine Aluminium-Verbundplatte, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar ist, bestehend aus einer Nutzschrift aus Reinaluminium ($\text{Al} \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($\text{Al} \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht.

Bei der Kathodenzerstäubung, die zu den physikalischen Beschichtungsmethoden zählt, wird das zu zerstäubende Material, das Target mit energiereichen Gasionen, die im elektrischen Feld beschleunigt werden, "beschossen". Dadurch werden Oberflächenatome aus dem Target herausgeschlagen, die sich auf der zu beschichtenden Fläche niederschlagen und eine Schicht bilden. Durch zusätzliches Anlegen eines Magnetfeldes am Target wird das Penning Prinzip ausgenutzt, die Abstäubraten werden dadurch bedeutend höher. Man spricht von Magnetron-Zerstäubung. Ein geringer Anteil der eingebrachten Energie wird bei diesem Prozess in kinetische Energie, der größere Anteil wird in Wärme umgewandelt. Zum Abtransport dieser Energie müssen die Targets von der Rückseite intensiv gekühlt werden. Materialien wie Al und Al-Legierungen werden durch die restliche Erwärmung in ihrer Stabilität beeinträchtigt.

Um trotzdem mit hohen Energieleistungen zerstäuben zu können, werden Targets mit Rückplatten versehen, die eine hohe mech. Stabilität und gute Wärmeleitfähigkeit haben, damit die Erwärmung des Targets und seine Durchbiegung möglichst gering gehalten werden.

Nach dem Stand der Technik besteht die Rückplatte bei Aluminium und Aluminiumlegierungen aus Kupfer. Die Verbindung der beiden Metalle erfolgt normalerweise durch Kleben, Löten oder Sprengplattieren. Walzplattieren ist wegen der erforderlichen Wanddicke des Kupfers von mehr als 3 mm nicht möglich.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Aluminium-Verbundplatte für die Sputter-Technik oder für ähnliche Anwendungsfälle zu entwickeln, die in einem einfachen und preiswerten Verfahren herstellbar ist, wobei die Härte der Trägerschicht $\text{HB} \geq 70$ beträgt und für die Herstellung von Targets für die Sputtertechnik geeignet ist. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die in den Patentansprüchen angegebenen Merkmale gelöst.

Der Erfindungsgedanke besteht im wesentlichen darin, daß die Aluminium-Verbundplatte aus einer Trägerschicht aus einer aushärtbaren Legierung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer Nutzschrift bestehend aus Reinaluminium ($\text{Al} \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($\text{Al} \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung besteht, wobei die Schichtdicken 10 bis 20 mm für die Nutzschrift und 3 bis 10 mm für die Trägerschicht betragen.

Der Gesamtaufbau wird vorzugsweise durch Walzplattieren bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt. Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugsweise 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warmwalzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und 540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minuten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C unterworfen.

Mit dieser Behandlung wird einerseits die Festigkeit der Trägerschicht und andererseits das Gefüge der Nutzschrift verbessert. In dieser beträgt der mittlere Korndurchmesser < 4 mm bei einer Streckung $S < 4$. In der bevorzugten Ausführungsform besteht die Trägerschicht aus einer Legierung vom Typ AlMgSi , die nach einer Lösungsgeglüfung bei 485 bis 495 °C und anschließender Warmauslagerung eine Härte $\text{HB} > 84$ aufweist, und einer Nutzschrift aus Reinaluminium ($\text{Al} \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($\text{Al} \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung, enthaltend wenigstens eines der Legierungselemente Si, Cu, Ti, wobei der Korndurchmesser weniger als 2 mm und die Streckung $S < 2$ beträgt. Die Gleichmäßigkeit und Feinkörnigkeit des Gefüges ist besonders günstig für den gleichmäßigen Abtrag beim Sputtern.

Wie eingangs erläutert, wird beim Sputtern die Nutzschrift mit energiereichen Gasionen beschossen. Um einen gleichmäßigen Abtrag und damit eine möglichst lange Nutzungsdauer der Nutzschrift zu erreichen, muß diese möglichst gleichförmig und homogen ausgebildet sein. Durch die erfindungsgemäße Walzplattierung beim Anteil Trägerwerkstoff von 20 bis 35 % der Gesamtdicke wird dieses walztechnisch am besten erreicht bei einem Walzgrad von mindestens 20 % im Temperaturbereich zwischen 350 bis 450 °C.

Die Lösungsgeglüfung bei 450 bis 550 °C Metalltemperatur für weniger als 30 Minuten ist entscheidend für die Erzielung eines geeigneten Kornes in der Nutzschrift. Angestrebt wird ein quasiglobulitisches Feinkorn mit einer Streckung $S < 2$. Erfindungsgemäß wurde ein derartiges Korn nach dem Lösungsgeglühen erreicht, wobei der mittlere Korndurchmesser unterhalb von 1 mm lag, gemessen nach Dederichs und

Kostron. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kommt es genau auf die Einhaltung der Glühdauer an. Bei Glühzeit n von mehr als 30 Minuten erhält man ein Grobkorn, das beim Abtrag der Nuttschicht zu Unregelmäßigkeiten in der Zerstäubungsrate führt. Diese Unregelmäßigkeiten führen zu ungleichmäßigem Auftrag auf dem Substrat.

Bei Glühzeiten von weniger als einer Minute gehen allerdings zu geringe Anteile von aushärtenden aluminiumhaltigen Phasen in Lösung, so daß nach der Warmaushärtung die Härte der Trägerschicht eine Härte von 70 HB nicht erreicht und damit die Verbundplatte eine zu geringe Standfestigkeit für die Verwendung zur Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung aufweist.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 = Querschnitt durch eine erfindungsgemäße Aluminiumverbundplatte,

Fig. 2 u. 3 = Vergrößerungen im Maßstab 20:1 von Querschliffen durch erfindungsgemäß hergestellte Aluminiumverbundplatten.

Eine nach dem angemeldeten Plattierverfahren hergestellte Verbundplatte, bestehend aus einer 14 mm dicken Nuttschicht 2 aus Al99,9999 + 1 % Si und einer 5 mm dicken Trägerschicht 1 aus AlMgSi1 wurde in Abschnitte A, B geteilt und dann wie folgt behandelt:

| Behandlung | Lösungsglühzeit im Salzbad | Lösungsglühtemperatur |
|------------|-------------------------------|-----------------------|
| A | 20 min. | 530 °C |
| B | 5 min. | 490 °C |

Anschließend wurden die Platten im kalten Wasser abgeschreckt und 16 Stunden bei 160 °C warmausgelagert.

Die Messungen der Brinellhärte an den Trägerschichten und die Messung der Korngröße im Längsschliff der Nuttschichten ergab folgende Werte:

| Behandlung | Kornquerschnitt in μm^2 | mittlerer Korndurchmesser in μm | Streckung | HB | Abb. |
|------------|---------------------------------------|---|-----------|-----|------|
| A | $2,37 \cdot 10^5$ - $1,78 \cdot 10^6$ | 549-1505 | 1 | 115 | 2 |
| B | $1,78 \cdot 10^4$ - $7,50 \cdot 10^4$ | 151-309 | 1 | 95 | 3 |

Aus dem vorstehenden Vergleich zweier erfindungsgemäß hergestellter Aluminiumverbundplatten ist ersichtlich, daß die gewünschte quasi globulitische Struktur mit einer Streckung $S = 1$ unter den erfindungsgemäßen Bedingungen erreicht wird.

Ansprüche

1. Aluminium-Verbundplatte, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar ist, bestehend aus einer Nuttschicht aus Reinaluminium ($\text{Al} \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($\text{Al} \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerschicht aus einer aushärtbaren Aluminiumlegierung mit einer Mindesthärte HB ≥ 70 besteht.

2. Aluminium-Verbundplatte nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Trägerschicht und Nuttschicht walzplattiert sind.

3. Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Nuttschicht einen mittleren Korndurchmesser $< 4 \text{ mm}$ bei einer Streckung $S < 4$ aufweist.

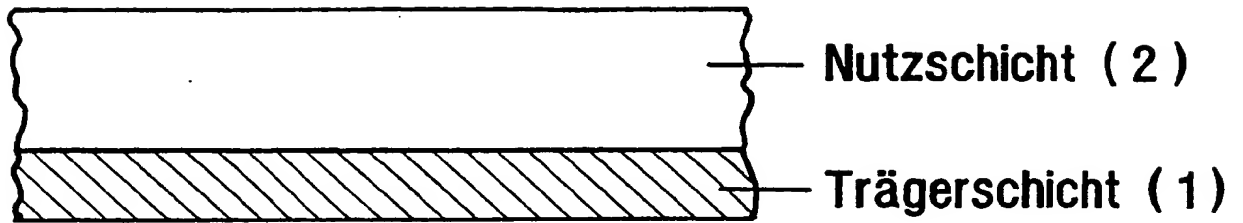
4. Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Nuttschicht eine Schichtdicke von 10 bis 20 mm und die Trägerschicht eine Schichtdicke von 3 bis 10 mm aufweist.

5. Verfahren zur Herstellung einer Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche

che, dadurch gekennzeichnet, daß Nutzschrift und Trägerschrift bei einem Anteil Trägerwerkstoff von 20 bis 35 % der Gesamtdicke warmgewalzt werden bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C mit einem Walzgrad von mindestens 20 %, danach zwischen 450 und 550 °C Metalltemperatur für weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, in Wasser abgeschreckt und anschließend von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C warmausgelagert wird.

6. Target für die Sputtertechnik, hergestellt aus einer Verbundplatte nach einem der Ansprüche 1-4.

7. Verfahren zur Herstellung eines Targets nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Trägerschrift aus AlMgSi das Lösungsglühen bei einer Metalltemperatur von 485 bis 495 °C für 3-10 Minuten vorgenommen wird.



Verbundplatte (3)

Abb. 1

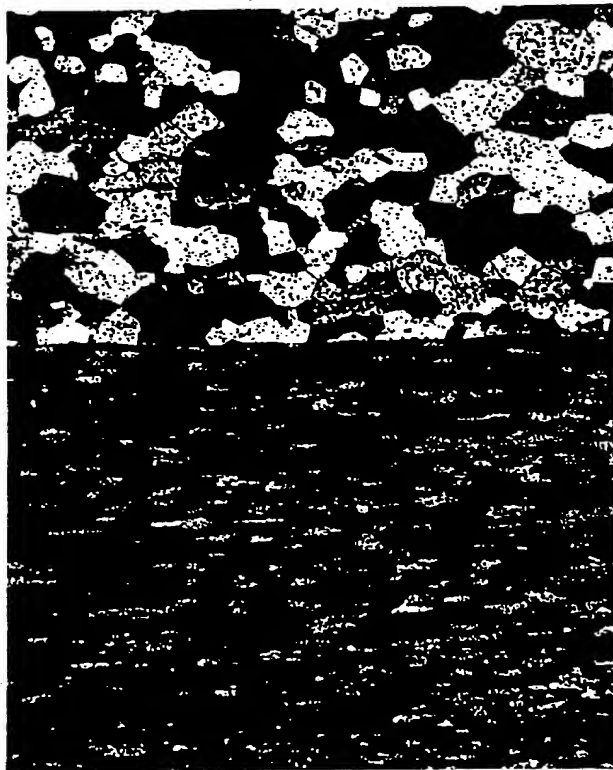


← **Nutzschicht (2)**

← **Trägerschicht (1)**

1 mm

Abb. 2

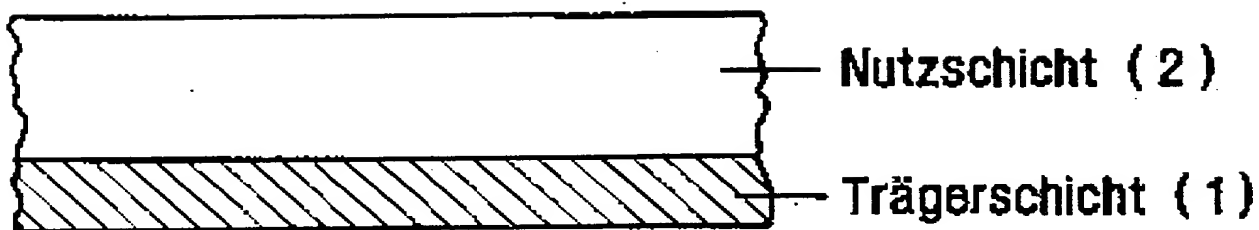


← Nutzschicht (2)

← Trägerschicht (1)

Abb. 3

1 mm



Verbundplatte (3)

Abb. 1



← **Nutzschicht (2)**

← **Trägerschicht (1)**



1 mm

Abb. 2

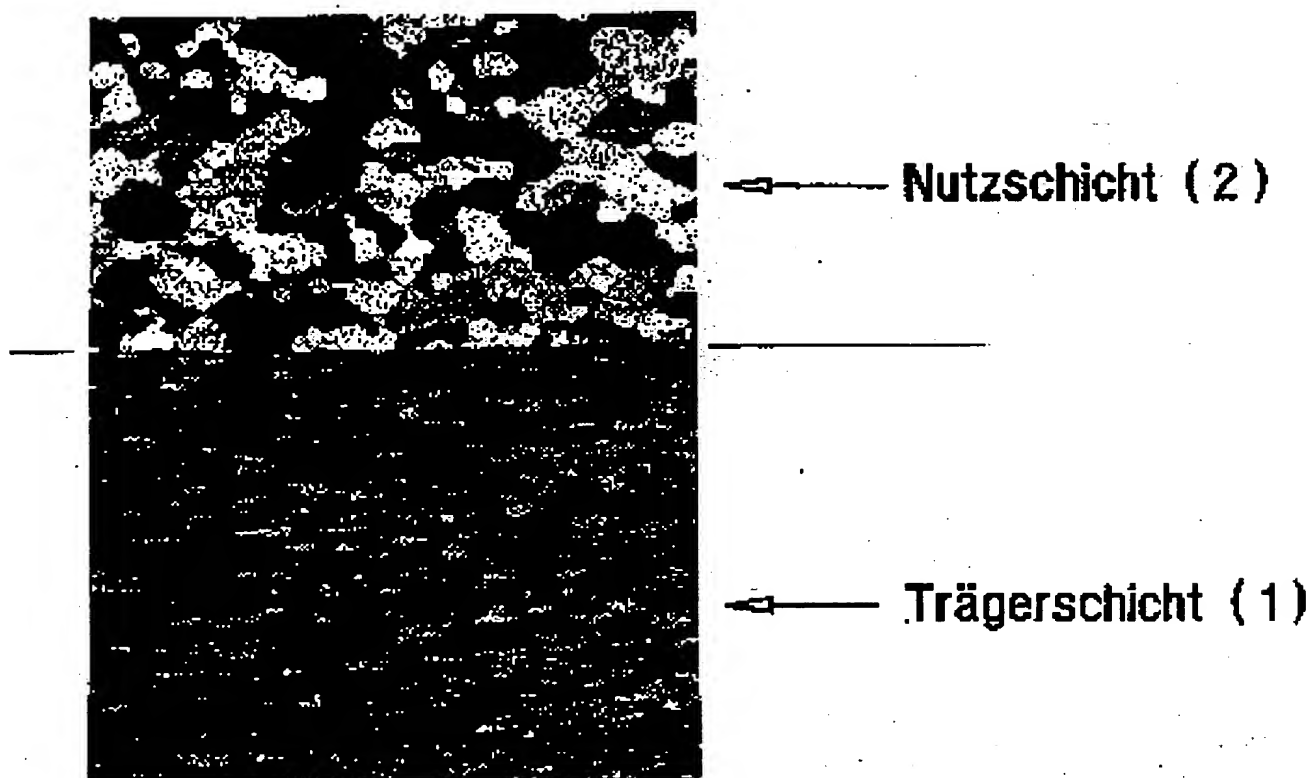


Abb. 3

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 370 211
A3

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89118361.8

(51) Int. Cl.⁵: **C23C 14/34, B32B 15/01,**
C22F 1/04

(22) Anmeldetag: 04.10.89

(30) Priorität: 25.11.88 DE 3839775

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.05.90 Patentblatt 90/22

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

(86) Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: 18.07.90 Patentblatt 90/29

(71) Anmelder: VEREINIGTE ALUMINIUM-WERKE
AKTIENGESELLSCHAFT
Georg-von-Boeselager-Strasse 25
D-5300 Bonn 1(DE)

Anmelder: BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT

FL-9496 Balzers(LI)

(72) Erfinder: Dumont, Christian Dr.
Schlegelstr. 10
D-5303 Bornheim 1(DE)
Erfinder: Schmitz, Norbert
Münstereifeler Str. 137
D-5350 Euskirchen(DE)
Erfinder: Quaderer, Hans
Pardiel 59
FL-9494 Schaan(LI)

(74) Vertreter: Müller-Wolff, Thomas, Dipl.-Ing.
Vereinigte Aluminium-Werke AG
Georg-von-Boeselager-Strasse 25 Postfach
2468
D-5300 Bonn 1(DE)

(54) Aluminium-Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.

(57) Aluminium-Verbundplatte und Verfahren zu ihrer Herstellung.

Aluminium-Verbundplatten, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar sind, bestehen aus einer Nutzschrift aus Reinaluminium (Al \geq 99,99) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis (Al \geq 99,99) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht.

Es soll nun eine Aluminium-Verbundplatte mit einer Härte in der Trägerschicht von HB \geq 70 entwickelt werden, die in einem einfachen und preiswerten Verfahren herstellbar und für die Herstellung von Targets für die Sputtertechnik geeignet ist.

Die neue Aluminium-Verbundplatte besteht aus einer Trägerschicht aus einer aushärtbaren Legierung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer

Nuttschicht aus Reinaluminium (Al \geq 99,99) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis (Al \geq 99,99) erschmolzenen binären oder ternären Legierung.

Der Gesamtaufbau wird durch Walzplattieren bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt. Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugsweise 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warmwalzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und 540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minuten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C unterworfen.

EP 0 370 211 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 89 11 8361

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE | | | |
|--|--|--|---|
| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | Betrifft Anspruch | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. CL5) |
| Y | JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, Band 51, Nr. 1, Januar 1980, Seiten 718-725, American Institute of Physics, New York, US; S. MANIV et al.: "Oxidation on an aluminum magnetron sputtering target in Ar/O ₂ mixtures" * Seite 719, linke Spalte, Zeilen 1-11 * | 1,6 | C 23 C 14/34 B 32 B 15/01 C 22 F 1/04 |
| Y | DE-C- 749 695 (N.N.) * Ansprüche 1,2 * | 1,6 | |
| A | DE-A-3 030 329 (W.C. HERAEUS GmbH) * Ansprüche 1,3 * | 1 | |
| A | EP-A-0 024 355 (SIEMENS AG) * Zusammenfassung * | 1 | |
| A | US-A-3 878 871 (W.H. ANTHONY et al.) * Beispiel 3 * | 2,5 | |
| A | WO-A-8 702 712 (ALUMINIUM COMPANY OF AMERICA) * Seite 8, Zeilen 15-25; Seite 12, Zeilen 10-29 * | 5,7 | RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. CL5) |
| A | W. HUFNAGEL: "Aluminium-Taschenbuch", 14. Auflage, 1983, Seiten 56,253-257, Aluminium Verlag, Düsseldorf, DE | | C 23 C B 32 B C 22 F B 23 K |
| A | "METALS HANDBOOK", PROPERTIES AND SELECTION: NON FERROUS ALLOYS AND PURE METALS, 9. Auflage, Band 2, 1979, Seiten 113-123, American Society for Metals, Ohio, US | | |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt | | | |
| Recherchenort DEN HAAG | | Abschlußdatum der Recherche 27-04-1990 | Prüfer GREGG N.R. |
| KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE | | | |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur | | T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument * : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument | |

EPO FORM 1503 (3.12.1988) (P.0603)